

Process for preparing a colorant

Patent Number: DE3619078
Publication date: 1986-12-11
Inventor(s): KURAMOTO SHINICHI (JP); TSUBUKO KAZUO (JP); NAGAI KAYOKO (JP)
Applicant(s): RICOH KK (JP)
Requested Patent: ☐ DE3619078
Application Number: DE19863619078 19860606
Priority Number(s): JP19850123751 19850607
IPC Classification: C09B67/08; C09B67/20; C09C3/10; C09D17/00; G03G9/12
EC Classification: C09B67/00B4, C09D17/00, G03G9/13B, G03G9/135, G03G9/135B
Equivalents: JP2007215C, ☐ JP61281160, JP7045633B

Abstract

A colorant is prepared by the flash process, using at least (a) one pigment, (b) one ethylene-vinyl acetate copolymer and, if desired, (c) humic acid, humates and/or humic acid derivatives.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

BEST AVAILABLE COPY

①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑪ **DE 3619078 A1**

⑤1 Int. Cl. 4:
C09B 67/08
C 09 B 67/20
C 09 C 3/10
C 09 D 17/00

②1 Aktenzeichen: P 36 19 078.0
②2 Anmeldetag: 6. 6. 86
④3 Offenlegungstag: 11. 12. 86

Verfahren

DE 3619078 A1

⑤1 // G03G 9/12

③0 Unionspriorität: ③2 ③3 ③1
07.06.85 JP 123751/85

⑦1 Anmelder:
Ricoh Co., Ltd., Tokio/Tokyo, JP

⑦4 Vertreter:
Dannenberg, G., Dipl.-Ing., 6000 Frankfurt;
Weinhold, P., Dipl.-Chem. Dr., 8000 München; Gudel,
D., Dr.phil.; Schubert, S., Dipl.-Ing., 6000 Frankfurt;
Barz, P., Dipl.-Chem. Dr.rer.nat., Pat.-Anw., 8000
München

⑦2 Erfinder:
Tsubuko, Kazuo; Kuramoto, Shinichi; Nagai,
Kayoko, Numazu, Shizuoka, JP

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Verfahren zur Herstellung eines Färbemittels

Ein Färbemittel wird nach dem Flash-Verfahren unter Verwendung von zumindest (a) einem Pigment, (b) einem Ethylen-Vinylacetat-Copolymer und gegebenenfalls (c) Huminsäure, Humaten und/oder Huminsäurederivaten hergestellt.

DE 3619078 A1

10/552428

3619078

1

5

10

P a t e n t a n s p r ü c h e

- 15 1. Verfahren zur Herstellung eines Färbemittels nach dem Flash-Verfahren, d a d u r c h g e k e n n - z e i c h n e t, daß man zumindest (a) ein Pigment, (b) ein Ethylen-Vinylacetat-Copolymer und gegebenenfalls (c) Huminsäure, Humate und/oder Huminsäure-derivate verwendet.
- 20 2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer in einer Menge von 0,01 bis 3,0 Gewichtsteilen pro 1 Gewichtsteil Pigment verwendet wird.
- 25 3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer in einer Menge von 0,1 bis 2,0 Gewichtsteilen pro 1 Gewichtsteil Pigment verwendet wird.
- 30 4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß das Pigment ausgewählt ist unter Ruß und organischen Pigmenten.
- 35 5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer

- 1 einen Erweichungspunkt von 40 bis 180°C und einen Vinyl-
acetat-Gehalt von 1,0 bis 50 Gewichtsprozent hat.
6. Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß
5 das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer einen Erweichungs-
punkt von 60 bis 120°C und einen Vinylacetat-Gehalt von
10 bis 40 Gewichtsprozent hat.
7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch ge-
10 kennzeichnet, daß das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer ab-
gemischt ist mit Naturharz-modifiziertem Phenolharz,
Naturharz-modifiziertem Maleinsäureharz, Dammar-Harz,
Copal, Schellack, Kollophoniumgummi, gehärtetem Kollo-
phonium, Estergummi, Glycerinester-modifiziertem Malein-
15 säureharz, Styrol-Butadien-Copolymer, Polyolefin,
Olefin-Copolymer und/oder Wachs, wobei das Ethylen-
Vinylacetat-Copolymer in einer Menge von nicht weniger
als 50 Gewichtsprozent des Gesamtgemisches vorhanden
ist.

20

25

30

35

1

5

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines
Färbemittels, das in elektrophotographischen Flüssigent-
wicklern, Anstrichfarben, Druckfarben oder dergl. verwendet
10 werden kann.

W/ Elektrophotographische Flüssigentwickler werden gewöhnlich
dadurch hergestellt, daß man einen Toner in einer stark iso-
lierenden Trägerflüssigkeit mit niedriger Dielektrizitäts-
15 konstante gleichmäßig dispergiert, wobei der Toner ein Fär-
bemittel enthält, das hergestellt worden ist durch Pulverisi-
eren eines gekneteten Gemisches aus einem Harz mit einem
organischen oder anorganischen Pigment, wie Ruß oder
Phthalocyaninblau. Herkömmliche Färbemittel lassen sich je-
20 doch nur schwer in einem Träger zu Primärteilchen dispergie-
ren, selbst wenn man z.B. eine Kugelmühle, einen Attritor
oder einen Dreiwalzenstuhl verwendet, da das organische oder
anorganische Pigment eine starke sekundäre Kohäsion entfaltet.

25

Es ist bereits ein Flash-Verfahren zur Herstellung eines
Färbemittels bekannt, bei dem man Ruß oder andere Pigmente
in Wasser dispergiert, die erhaltene Dispersion mit einer
Harzlösung knetet, um das den Ruß umgebende Wasser durch
30 Lösungsmittel zu ersetzen, und schließlich das Wasser und
das Lösungsmittel abzieht. Mit diesem Flash-Verfahren läßt
sich jedoch der Ruß nur schwer in Form von kleinen Teilchen,
d.h. Primärteilchen, dispergieren, da er nicht hydrophil ist.

35

Elektrophotographische Flüssigentwickler mit einem Toner,
der ein Färbemittel enthält, welcher nach dem herkömmlichen

1 Flash-Verfahren erhalten worden ist, ergeben kein zufrieden-
stellendes Bild hinsichtlich Fixierbarkeit und Gradation
bei hoher Dichte, da der Toner nicht ausreichend in der Trä-
gerflüssigkeit dispergiert ist.

5

Es sind bereits verschiedene Methoden zur Verbesserung des
genannten Flash-Verfahrens vorgeschlagen worden, z.B.

(a) der Zusatz eines anionischen, nicht-ionischen oder katio-
nischen Tensids, eines hochmolekularen synthetischen Poly-
10 mers als Dispergiermittel oder dergl. beim Dispergieren des
Färbemittels, z.B. Ruß, in Wasser und (b) das Dispergieren
des Färbemittels, z.B. Ruß, unter Verwendung von Huminsäure,
Humaten oder Huminsäurederivaten und das Beschichten der
Pigmentteilchen durch Kneten mit niedermolekularem Polyäthy-
15 len, Naturharz-modifizierten Harzen, Dammar-Harz, Copal,
Schellack, Kollophoniumgummi, Styrol-Butadien-Copolymeren,
Polyolefinen oder dergl. (siehe JP-A-59-102253).

Bei dem nach der Methode (a) hergestellten Färbemittel ist
20 jedoch die Dispergierbarkeit in der Trägerflüssigkeit immer
noch unbefriedigend. Das nach der Methode (b) hergestellte
Färbemittel läßt sich nicht immer ausreichend mit anderen
Harzen vermischen und seine Hafteigenschaften sind dement-
sprechend schlecht.

25

A Ziel der Erfindung ist es daher, ein Färbemittel bereitzu-
stellen, das sich für elektrophotographische Toner, An-
strichmittel, Druckfarben und dergl. eignet und dabei zu-
friedenstellende Haft- und Fixiereigenschaften z.B. auf
30 Papier, Holz und Metall aufweist.

Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung
eines Färbemittels nach dem Flash-Verfahren, bei dem zu-
mindest (a) ein Pigment, (b) ein Ethylen-Vinylacetat-Copo-
35 lymer und gegebenenfalls in (c) Huminsäure, Humate und/oder
Huminsäurederivate verwendet werden.

- 1 Es wurde gefunden, daß eine Pigmentdispersion aus
(a) Pigment, (b) Ethylen-Vinylacetat-Copolymer und gegebenenfalls (c) Huminsäure, Humaten und/oder Huminsäurederivaten gute Verträglichkeit mit anderen Harzen und eine hohe
5 Schmelzviskosität beim Kneten in der Wärme aufweist. Das Pigment selbst und das erhaltene Färbemittel besitzen ausgezeichnete Dispergierbarkeit und die hergestellten Dispersionen lassen sich leicht und zufriedenstellend mit anderen Harzen vermischen.
- 10 Als Pigmente können erfindungsgemäß z.B. Ruß und organische oder anorganische Pigmente verwendet werden. Im folgenden sind spezielle Beispiele genannt:
- 15 Ruße: Furnace-Ruß, Acetylenruß und Channelblack. Handelsprodukte dieser Art sind Printex G, Special Black 15, Special Black 4, Special Black 4-B (Degussa), Mitsubishi Nr. 44, Nr. 30, MA-11, MA-100 (Mitsubishi Carbon Co.), Laven 30, Laven 40, Conductex SC (Columbia Carbon Co.) und Regal 400,
20 660, 800, Black Pearl L (Cabot Co.).

Anorganische Pigmente: Zinkoxid, Titanoxid und Siliciumoxid.

- Organische Pigmente: Phthalocyaninblau, Phthalocyaningrün,
25 Himmelblau, Rhodamin, Malachitgrün, Methylviolett, Pfauenblau, Naphtholgrün B, Naphtholgrün Y, Naphtholgelb S, Lithol-Echtgelb 2G, Permanentrot 4 R, Brilliant-Echtscharlach, Hansagelb, Benzidingelb, Litholrot, Lake Red C, Lake Red D, Brilliantkarmin 6B, Permanentrot F5R, Pigment-
30 scharlach 3B und Bordeaux 10B.

Diese Pigmente können einzeln oder als Gemische angewandt werden.

- 35 Das zum Beschichten des Pigments verwendete Harz sollte vorzugsweise in nicht-wässrigen Lösungsmitteln bzw. Träger-

- 1 flüssigkeiten für elektrophotographische Entwickler unlös-
lich oder schwer löslich sein. Erfindungsgemäß wird für die-
sen Zweck ein Ethylen-Vinylacetat-Copolymer angewandt, das
vorzugsweise einen Vinylacetat-Gehalt von 1,0 bis 50, insbe-
5 sondere 10 bis 40 Gewichtsprozent und einen Erweichungs-
punkt von 40 bis 180°C, insbesondere 60 bis 120°C, aufweist.

Bei geringeren Vinylacetat-Gehalten verschlechtert sich die
Fixierbarkeit und auch die Bilddichte wird beeinträchtigt.

- 10 Andererseits wird bei höheren Vinylacetat-Gehalten die La-
gerstabilität verschlechtert. Auch bei niedrigeren Erwei-
chungspunkten des Ethylen-Vinylacetat-Copolymers wird die
Haltbarkeit beeinträchtigt, während bei höheren Erweichungs-
punkten die Fixierbarkeit verschlechtert wird.

- 15 Beispiele für geeignete Ethylen-Vinylacetat-Copolymere sind
die folgenden Handelsprodukte:

(i) Hersteller: Mitsui-Du Pont Polychemical Co., Ltd.

20	<u>Produkt-Bezeichnung</u>	<u>Vinylacetat-Gehalt</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
	Everflex 45	46 Gew.-%	94°C
	Everflex 40	41	98
	Everflex 150	33	120
	Everflex 210	28	85
25	Everflex 220	28	90
	Everflex 250	28	135
	Everflex 260	28	155
	Everflex 310	25	90
	Everflex 360	25	185
30	Everflex 410	19	90
	Everflex 420	19	100
	Everflex 450	19	135
	Everflex 560	14	170
	Everflex P-1403	14	70
35	Everflex P-1207	12	70
	Everflex P-0607	6	72

- 1 (ii) Hersteller: Toyo Soda Manufacturing Co., Ltd.

	<u>Produkt-Bezeichnung</u>	<u>Vinylacetat-Gehalt</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
	Ultrathene UE631	20 Gew.-%	92°C
	Ultrathene UE634	26	81
5	Ultrathene UE630	15	97

- (iii) Hersteller: Allied Chemical Corp.

	<u>Produkt-Bezeichnung</u>	<u>Vinylacetat-Gehalt</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
	400&400A	14 Gew.-%	95°C
10	402&402A	2	102
	403&403A	2	106
	405	11	96
	430	26	60

- 15 (iv) Hersteller: Hoechst AG

	<u>Produkt-Bezeichnung</u>	<u>Vinylacetat-Gehalt</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
	TMREV720	25 Gew.-%	102°C

- (v) Hersteller: BASF AG

	<u>Produkt-Bezeichnung</u>	<u>Vinylacetat-Gehalt</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
20	SC9626	6 - 9 Gew.-%	88 - 91°C.

Das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer wird in einer Menge von 0,01 bis 3,0, vorzugsweise 0,1 bis 2,0 Gewichtsteilen pro 1 Gewichtsteil Pigment angewandt. Bei geringeren Gehalten wird die Fixierbarkeit schlechter und das Bild kann mit einem Radiergummi entfernt werden. Andererseits haften bei höheren Gehalten die Pigmente aneinander und die Lagerstabilität ist dementsprechend schlechter.

30

Das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer kann in Mischung mit mindestens einem der folgenden Harze angewandt werden:
 Naturharz-modifizierte Phenolharze, Naturharz-modifizierte Maleinsäureharze, Dammar-Harz, Copal, Schellack, Kollophonium-Gummi, gehärtetes Kollophonium, Estergummi Glycerin-ester-modifizierte Maleinsäureharze, Styrol-Butadien-Copoly-

1 mere, Polyolefine, Olefin-Copolymere und Wachse. In jedem Fall muß das Ethylen-Vinylacetat-Copolymer jedoch in einer Menge von mindestens 50 Gewichtsprozent der Gesamtmischung angewandt werden.

5

Wachse und die anderen Harze dienen zur Regelung des Erweichungspunktes und der Teilchengröße des Färbemittels.

Zum Abmischen mit dem Ethylen-Vinylacetat-Copolymer eignen
10 sich z.B. die folgenden handelsüblichen Harze und Wachse:

(i) Polyethylene:

	<u>Hersteller</u>	<u>Produkt- Bezeichnung</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
15	Union Carbide Corp.	DYNI	102°C
		DYNF	102
		DYNH	102
		DYNJ	102
		DYNK	102
20	Monsanto Co.	ORLIZON 805	116°C
		ORLIZON 705	116
		ORLIZON 50	126
25	Phillips Co.	MARLEX 1005	92°C
	Du Pont Co.	ALATHON-3	103°C
		ALATHON-10	96
		ALATHON-12	84
30		ALATHON-14	80
		ALATHON-16	95
		ALATHON-20	86
		ALATHON-22	84
35		ALATHON-25	96

5	Allied Chemical Corp.	AC Polyethylen	1702	85°C
		AC Polyethylen	617,617A	102
		AC Polyethylen	9,9A	117
		AC Polyethylen	430	60
		AC Polyethylen	405	96
		AC Polyethylen	401	102
		AC Polyethylen	540	108
		AC Polyethylen	580	108
10	Eastman Kodak Co.	Epolene N-14		105°C
		Epolene E-15		96
15	Sanyo Chemical Industries Ltd.	Sun Wax 131-P		108°C
		Sun Wax 151-P		107
		Sun Wax 161-P		111
		Sun Wax 165-P		107
		Sun Wax 171-P		105
		Sun Wax E-200		95
20	Hoechst	Sun Wax E-300		98
		PED 521		104°C
		PED 543		110
		PED 153		99
25	(ii) Polypropylene:			
	<u>Hersteller</u>	<u>Produkt- Bezeichnung</u>	<u>Erweichungspunkt</u>	
	Sanyo Chemical	Viscol 330-P	152°C	
	Industries Ltd.	Viscol 550-P	150	
30		Viscol 660-P	145	
		Viscol TS-200	145	

1 (iii) Acrylharze:

	<u>Hersteller</u>	<u>Produkt- Bezeichnung</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
	Mitsubishi	BR-50	100°C
5	Rayon Co.	BR-80	105
		BR-90	65
		BR-95	80
		BR-101	50
		BR-102	20
10		BR-107	50

(iv) Phenolharze:

	<u>Hersteller</u>	<u>Produkt- Bezeichnung</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
15	Nihon Gas	Nicanol HP-70	70 - 90°C
	Kagaku Co., Ltd.	Nicanol HP-100	105 - 125
		Nicanol HP-120	125 - 145
		Nicanol A-70	70 - 90
		Nicanol A-100	110 - 130
20		Nicanol A-120	120 - 140

(v) Wachse:

	<u>Hersteller</u>	<u>Produkt- Bezeichnung</u>	<u>Erweichungspunkt</u>
	Quaker State Oil	QS-Wax	65°C
25	Junsei Yakuhin Ltd.	Paraffinwachs	60 - 90°C

30 Im erfindungsgemäßen Verfahren wird ein Färbemittel durch Beschichten eines Pigments mit einem speziellen Harz, nämlich einem Ethylen-Vinylacetat-Copolymer, im Flash-Verfahren hergestellt. In einer speziellen Ausführungsform erfolgt das Dispergieren der Pigmente in Gegenwart von Huminsäure, Humaten und/oder Huminsäurederivaten.

35 Huminsäure ist eine Alkali-lösliche amorphe hochmolekulare organische Säure, die in relativ jungen Kohlen von geringem Verkohlungsgrad, z.B. Torf oder Lignit, enthalten ist. Humin-

- 1 säure wird eingeteilt in Naturprodukte und künstliche Pro-
dukte, z.B. Nitrohuminsäure. Erfindungsgemäß können beliebige
Arten von Huminsäure angewandt werden. Industrielle Pro-
dukte von Huminsäure werden ferner unterteilt in den CH-Typ,
5 CHA-Typ und CHN-Typ, je nach der Molekulargewichtsverteilung,
bzw. in saure und basische Typen, z.B. den Na- oder NH_4 -Typ.

Huminsäure, Humate und Huminsäurederivate (im folgenden:
Huminsäureverbindungen") werden gut auf Pigmenten absorbiert
10 und bewirken eine beschleunigte Dispersion der Pigmente zu
Primärteilchen sowie eine verbesserte Dispersionsstabilität
(Langzeithaltbarkeit).

Das erfindungsgemäße Färbemittel wird unter Verwendung der
15 genannten Materialien auf die folgende Weise hergestellt.

Eine pigmenthaltige Flüssigkeit, die in einem Knetter gründ-
lich mit Huminsäureverbindungen vermischt worden ist, oder
eine pigmenthaltige Flüssigkeit, die nicht mit Huminsäure-
20 verbindungen vermischt worden ist, wird in einem als "Flasher"
bezeichneten Knetter gründlich mit einer Harzlösung vermischt,
wobei das die Pigmente umgebende Wasser durch die Harzlösung
verdrängt wird. Das Wasser wird dann aus dem Knetter abgezo-
gen und die Pigmentdispersion in der Harzlösung wird durch
25 Abziehen des Lösungsmittels getrocknet, wobei ein Pigment-
klumpen zurückbleibt, der zu einem Färbemittelpulver pulve-
risiert wird.

Die Huminsäureverbindung wird in einer Menge von 1 bis 100,
30 vorzugsweise 1 bis 60 Gewichtsprozent, bezogen auf das Ge-
wicht des Pigments, zugesetzt. Bei Verwendung von weniger
als 1 Gewichtsprozent wird die Dispergierbarkeit der Pigmen-
te verschlechtert, während mit mehr als 100 Gewichtsprozent
die Farbe des Färbemittels durch die Eigenfarbe der Humin-
35 säureverbindung beeinflusst wird.

- 1 Das erhaltene, im Zustand von Primärteilchen mit Harz beschichtete Färbemittel eignet sich z.B. für Druckfarben, Anstrichmittel und elektrophotographische Toner. Zur Herstellung von Tonern wird das Färbemittel zusammen mit einem
- 5 Bindemittelharz in einer Trägerflüssigkeit dispergiert. Die verwendete Trägerflüssigkeit ist stark isolierend mit einem elektrischen Widerstand von nicht weniger als 10^{10} Ohm-cm und besitzt eine niedrige Dielektrizitätskonstante von nicht mehr als 3. Beispiele für geeignete Trägerflüssigkeiten
- 10 sind aliphatische Kohlenwasserstoffe vom Petroleumtyp, wie n-Hexan, Ligroin, n-Heptan, n-Pentan, Isododecan und Isooctan, sowie deren Halogenderivate, z.B. Kohlenstoff-tetrachlorid und Perchlorethylen. Aliphatische Kohlenwasserstoffe vom Petroleum-Typ sind z.B. die Handelsprodukte
- 15 Isopar E, G, L, H und K, Naphtha Nr. 6 und Solvetho 100 (Exxon Corp.). Diese Trägerflüssigkeiten können einzeln oder in Kombination angewandt werden.

B e i s p i e l 1

B 20

Die im folgenden genannten Materialien werden in einem Flasher gründlich vermischt und mit 600 g Ethylen-Vinylacetat-Copolymer (Everflex 310) versetzt und geknetet.

25

Wasser	500 g
Printex	30 g
Alkaliblau	20 g
Huminsäure	10 g

30

Die erhaltene Mischung wird erhitzt und Wasser und das Lösungsmittel werden unter vermindertem Druck abgezogen, wobei ein Färbemittelklumpen mit einem Wassergehalt von 0,50 % zurückbleibt. Dieser wird in einer Steinmühle zu einem Pulver von 1 bis 5 μ m pulverisiert.

35

1

B e i s p i e l e 2 bis 10

Gemäß Beispiel 1 werden neun Arten von pulverförmigen Färbemitteln hergestellt, wobei man jedoch die in der folgenden
5 Tabelle I genannten Ausgangsmaterialien verwendet.

10

15

20

25

30

35

Tabelle I

Beispiel	Ruß	Organisches Pigment	Huminsäure-Verbindung	Harz
2	Special Black 30g	Phthalocyanin grün 30g X	Nitrohuminsäure 10g	Everflex 210 300g BR-102 50g
3	Laven 30g	Permanent rot 20g ✓	Calciumnitrohumat 10g	Ultrathene 630 100g Epolene E-15 300g
4	MA-100 50g	Pfauenblau 50g	Na-humat 20g	Allied Chemical 405 60g Sun Wax 171P 250g
5	Conductex SC 50g	Brilliant carmin 6B 50g X	NH ₄ -humat 15g	Ultrathene 631 380g
6	_____	Phthalocyanin blau 30g X	_____	Everflex 410 100g Epolene E-15 200g
7	_____	Alkali blau 20g ✓	NH ₄ -humat 30g	SC-9626 600g
8	Mitsubishi #44 50g	_____	Calciumnitrohumat 25g	Ultrathene 631 100g
9	Mitsubishi #44 50g	_____	NH ₄ -humat 30g	Sun Wax 250P 250g Everflex 220 80g
10	Mitsubishi #44 50g	_____	N(CH ₃) ₂ -humat 30g	SC-9626 50g

✓ synthetisch

Soort

1

B e i s p i e l e 11 und 12

Pulverförmige Färbemittel werden wie in den Beispielen 5 und 6 hergestellt, jedoch verwendet man Phthalocyaninblau 5 bzw. Alkaliblau als Additive.

Unter Verwendung der erhaltenen pulverförmigen Färbemittel werden auf die nachstehend beschriebene Weise elektrophotographische Entwickler hergestellt. Diese zeichnen sich aus 10 durch zufriedenstellende Fixierbarkeit und Bilddichte.

Vergleichsbeispiele 1 bis 10

10 Arten von pulverförmigen Vergleichs-Färbemitteln werden 15 wie in den Beispielen 1 bis 10 hergestellt, jedoch verwendet man kein Ethylen-Vinylacetat-Copolymer, sondern ersetzt es durch die in Tabelle II genannten Harze.

20

25

30

35

ORIGINAL INSPECTED

5	Vergleichs- beispiel 1	Kollophonium-modifiziertes Malein- säure-Harz (Beckasite F25 von der Dainippon Ink and Chemicals Inc.)	600g
	2	Dianal BR-102 (MMA, von der Mitsubishi Rayon Co.)	350g
10	3	Epolene E-15 (PE, von der Eastman Kodak Co.)	400g
15	4	Sun Wax 171P (PE, von der Sanyo Chemical Industries Ltd.)	310g
	5	Nicanol HP-100 (Phenolharz von der Nihon Gas Co., Ltd.)	380g
20	6	AC Polyethylene 405 (PE, von der Allied Chemical Corp.)	500g
25	7	PED-521 (PE, von der Hoechst AG.)	600g
	8	Viscol 330P (PP, von der Sanyo Chemical Industries Ltd.)	100g
30	9	Sun Wax 250P (PE, von der Sanyo Chemical Industries Ltd.)	330g
35	10	Viscol 660P (PP, von der Sanyo Chemical Industries Ltd.)	50g

- 1 Jeweils 20 g der in den Beispielen 1 bis 10 und den Ver-
gleichsbeispielen 1 bis 10 erhaltenen pulverförmigen Färbe-
mittel werden zusammen mit 50 g Poly(laurylmethacrylat-acryl-
säure) (90:10) in 100 g Isopar G eingebracht und 72 Stunden
5 in einer Kugelmühle geknetet. 50 g des erhaltenen Gemisches
werden in 2 Liter Isopar H zu einem Entwickler dispergiert.

Unter Verwendung der erhaltenen Entwickler wird ein Kopier-
test mit einer handelsüblichen Kopiermaschine (Ricopy-DT-1200
10 von der Ricoh Co., Ltd) durchgeführt. Hierbei werden die
in Tabelle III genannten Ergebnisse erhalten.

15

20

25

30

35

Tabelle III

5		Fixierbarkeit (%)	Bilddichte
	Beispiel 1	83.1	1.42
	2	84.0	1.42
10	3	84.5	1.44
	4	80.3	1.42
	5	84.0	1.40
	6	83.1	1.45
15	7	80.0	1.40
	8	82.4	1.44
	9	83.3	1.45
	10	79.6	1.45
20	Vergleichs- beispiel 1	72.2	1.32
	2	76.3	1.32
	3	72.8	1.36
25	4	78.8	1.32
	5	75.5	1.38
	6	76.4	1.35
	7	70.0	1.36
30	8	80.4	1.27
	9	79.3	1.29
	10	70.5	1.36

- ¹ Die Ergebnisse zeigen, daß die erfindungsgemäß hergestellten Färbemittel eine ausgezeichnete Fixierbarkeit und Bild-dichte ergeben. Bei Verwendung von Ruß als Pigment ist die Intensität der schwarzen Farbe ausreichend erhöht, was darauf
- ⁵ hinweist, daß der Ruß in dem erfindungsgemäßen Färbemittel zufriedenstellend dispergiert ist.

10

15

20

25

30

35

This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☒ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images
problems checked, please do not report the
problems to the IFW Image Problem Mailbox**